ICS 11.120
CCS C 25

团　　体　　标　　准

T/CCCMHPIE 1.57—2021

植物提取物　蔓越莓提取物

Plant Extract——Cranberry Extract

2021－11－09 发布　　2021－11－15 实施

中国医药保健品进出口商会　　发 布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20004.1—2016《团体标准化　第1部分：良好行为指南》的规定起草。

本文件由中国医药保健品进出口商会提出并归口。

本文件起草单位：浙江尖峰健康科技有限公司、金华市食品药品检验检测研究院、浙商大金华食品产业化研究院有限公司。

本文件主要起草人：蒋晓萌、李文德、陆国胜、杨浩、陈安平、曾曲梅、楼永增、倪勤学、陈宗良、宋广磊。

植物提取物　蔓越莓提取物

1　范围

本文件规定了蔓越莓提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本文件适用于以蔓越莓的成熟果实为原料，经压榨或不压榨、提取、浓缩、纯化或不纯化、干燥制成的提取物。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求
GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法
《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　技术要求

4.1　工艺要求

4.1.1　植物原料

杜鹃花科越橘属植物大果红莓苔子（美洲蔓越橘）*Vaccinium macrocarpon* Aiton的成熟果实。

4.1.2　工艺过程

原料→压榨或不压榨→提取→浓缩→纯化或不纯化→干燥→产品。

4.2　产品要求

4.2.1　感官要求

应符合表1的规定。

表1　感官要求

项目	要求
色泽	深粉色至紫红色粉末
滋味与气味	气特异，味涩
外观	均匀，无可见异物

4.2.2　理化要求

应符合表2的规定。

表2　理化要求

项目		指标	
		10%规格	50%规格
鉴别	薄层色谱	供试品薄层色谱图中，在与对照品色谱中原花青素A_2相应的位置上显相同的红色斑点，且原花青素B2、儿茶素斑点颜色与对照品比较，不得更深。	
	高效液相色谱	供试品高效液相色谱图中应呈现9个特征峰，与参照物氯化矢车菊素相应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内。规定值为0.67（峰1）、0.76（峰2）、0.79（峰3）、0.85（峰4）、0.88（峰5）、1.00（峰S）、1.09（峰6）、1.19（峰7）、1.26（峰8）。	
指标成分含量	原花青素值（以干燥品计）	≥10	≥50
	原花青素（以A_2计）（以干燥品计）/%	≥1.0	≥8.0
粒度（80目筛通过率）/%		≥95	
水分/%		≤7.0	
灰分/%		≤5.0	
乙醇残留/（mg/kg）		≤3000	
铅（Pb）/（mg/kg）		≤1.0	
砷（As）/（mg/kg）		≤1.0	
汞（Hg）/（mg/kg）		≤0.3	
镉（Cd）/（mg/kg）		≤0.3	

4.2.3　微生物要求

应符合表3的规定。

表3　微生物要求

项目	指标
菌落总数/（CFU/g）	≤1000
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤50
大肠菌群/（MPN/g）	≤0.43
致病菌（沙门菌、金黄色葡萄球菌）/25g	不得检出

4.2.4　其他污染物

其他污染物限量要求，依据不同要求，应符合我国相关法规的规定。对于出口产品，应符合出口目的国相关法规的规定。

5　检验方法

5.1　感官检验

启开试样后，立即嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味；另取试样适量置于白色瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，并检查有无异物。

5.2 理化检验

5.2.1 薄层色谱鉴别

按A.2中规定的方法进行测定。

5.2.2 高效液相色谱鉴别

按A.3中规定的方法进行测定。

5.2.3 原花青素值

按A.4中规定的方法进行测定。

5.2.4 原花青素（以A_2计）

按A.5中规定的方法进行测定。

5.2.5 粒度

按《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法第二法（筛分法）进行测定。

5.2.6 水分

按GB 5009.3中第一法进行测定。

5.2.7 灰分

按GB 5009.4中第一法进行测定。

5.2.8 乙醇残留

按《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法中第二法进行测定。

5.2.9 铅

按GB 5009.12中规定的方法进行测定。

5.2.10 镉

按GB 5009.15中规定的方法进行测定。

5.2.11 砷

按GB 5009.11中规定的方法进行测定。

5.2.12 汞

按GB 5009.17中规定的方法进行测定。

5.3 微生物检验

5.3.1 菌落总数

按GB 4789.2中规定的方法测定。

5.3.2 霉菌和酵母

按GB 4789.15中规定的方法测定。

5.3.3 大肠菌群

按GB 4789.3中规定的方法测定。

5.3.4 沙门菌

按GB 4789.4中规定的方法测定。

5.3.5 金黄色葡萄球菌

按GB 4789.10中规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为检验批次。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品应逐批检验，检验合格并签发合格证后方可出厂。
6.2.2 出厂检验项目：感官要求、粒度、水分、灰分、原花青素值、原花青素 A_2、菌落总数、霉菌和酵母。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目包括本文件中规定的全部项目。
6.3.2 正常生产时每年进行一次型式检验。
6.3.3 有下列情况之一时，应进行型式检验。

a) 原料来源变动较大时；
b) 正式投产后，如配方、生产工艺有较大变化，可能影响产品质量时；
c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
d) 产品停产 6 个月以上，恢复生产时；
e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.4 判定规则

6.4.1 检验结果全部项目符合本文件规定时，判该批产品为合格品。
6.4.2 检验结果不符合本文件要求时,可以在原批次产品中双倍抽样复检一次,判定以复检结果为准。复检时仍有一项或一项以上不符合本文件要求时，判该批产品为不合格品。

7 包装、标签、运输、贮存和保质期

7.1 包装

包装材料应符合GB 4806.1的要求。

7.2 标签

7.2.1 包装标签上应注明：产品名称、产品批号、产品规格、净含量、生产日期、保质期、生产厂名、厂址、产地。
7.2.2 外包装箱体上应标有：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标志内容清晰可见，标签应粘贴牢固。

7.3 运输

运输时必须轻装轻卸，不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混合载运，严防挤压、雨淋、暴晒。

7.4 贮存

产品应储存在避光、阴凉、干燥、通风的仓库内，不得与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

7.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经开启封口的情况下，保质期为36个月。

附 录 A
（规范性）
检验方法[1)]

A.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 薄层色谱鉴别

A.2.1 仪器和材料

A.2.1.1 天平，感量为0.1mg。

A.2.1.2 超声波清洗仪。

A.2.1.3 层析缸。

A.2.1.4 硅胶GF_{254}薄层板。

A.2.1.5 甲醇。

A.2.1.6 展开剂：二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（6∶10∶1，体积比）。

A.2.1.7 显色剂：1%香草醛盐酸溶液。

A.2.1.8 原花青素A_2对照品（CAS号41743-41-3），纯度≥98.0%（HPLC）。

A.2.1.9 原花青素B_2对照品（CAS号29106-49-8），纯度≥98.0%（HPLC）。

A.2.1.10 儿茶素对照品（CAS号7295-85-4），纯度≥98.0%（HPLC）。

A.2.2 操作方法

A.2.2.1 对照品溶液制备

取原花青素A_2、原花青素B_2、儿茶素对照品，加甲醇制成每1mL含1.0mg的混合溶液，作为对照品溶液。

A.2.2.2 供试品溶液制备

取本品粉末0.5g，加甲醇10mL，超声处理（250W，40kHz）10min，离心取上清液作为供试品溶液。

A.2.2.3 色谱操作

分别吸取对照品溶液和供试品溶液5μL，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，展开15min，取出。均匀喷1%香草醛盐酸溶液，110℃加热2min，置可见光下检视。

A.3 高效液相色谱鉴别

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 高效液相色谱仪（带UV-VIS检测器）。

A.3.1.2 电子天平，感量为0.01mg。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 乙腈：色谱纯。

A.3.2.2 甲醇：色谱纯。

1）非商业性声明：上述所采用的设备、色谱柱、标准对照品等，涉及具体商业品牌、型号的，仅供参考，无商业目的，鼓励标准使用者尝试使用不同品牌、型号的设备、色谱柱及标准品。

A.3.2.3　盐酸：分析纯。

A.3.2.4　醋酸：色谱纯。

A.3.2.5　磷酸：色谱纯。

A.3.2.6　纯化水。

A.3.2.7　氯化矢车菊素对照品（CAS 号 528-58-5）：纯度≥97.0%。

A.3.3　色谱条件与系统适用性

A.3.3.1　色谱条件

色谱条件如下：

——色谱柱：十八烷基键合硅胶柱（150mm×4.6mm，5μm）或等效柱；

——流动相：0.5%磷酸水溶液为 A 相,乙腈-水-醋酸-磷酸（48.5:50:1:0.5，体积比）为 B 相，按表 A.1 进行梯度洗脱；

——检测波长：520nm；

——柱温：25℃；

——流速：1.0mL/min。

表A.1 梯度洗脱条件

时间/min	A相/%	B相/%
0-1	90	10
1-28	90→50	10→50
28-32	50→25	50→75
32-32.1	25→90	75→10
32.1-40	90	10

A.3.3.2　系统适用性

理论塔板数按氯化矢车菊素计算应不低于10000。

A.3.4　操作方法

A.3.4.1　试液制备

2%盐酸-甲醇溶液（m/V）制备：准确量取盐酸47mL，加入800mL甲醇中，再用甲醇稀释至1000mL，摇匀，即得。

A.3.4.2　对照品溶液制备

精密称取氯化矢车菊素对照品约5mg于50mL的容量瓶中，加入2%的盐酸-甲醇溶液超声溶解定容至刻度，用0.45μm微孔滤膜过滤，即得。

A.3.4.3　供试品溶液制备

称取供试品约250mg，加入2%盐酸-甲醇溶液20mL，80℃水浴回流10min，冷却，用2%盐酸-甲醇溶液转移置50mL容量瓶中，并定容至刻度。用0.45μm微孔滤膜过滤即得供试液。

A.3.4.4　测定

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各20μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.4　原花青素值测定

A.4.1　试剂

A.4.1.1　正丁醇：分析纯。

A.4.1.2　盐酸：分析纯。

A.4.1.3　硫酸铁铵：分析纯。

A.4.1.4　甲醇：分析纯。

A.4.1.5　纯化水。

A.4.2　仪器和设备

A.4.2.1　分析天平，感量0.1mg。

A.4.2.2　电热恒温水浴锅，精度±1℃。

A.4.2.3　紫外可见分光光度计。

A.4.2.4　超声波清洗器。

A.4.2.5　顶空瓶和压盖器。

A.4.3　操作步骤

A.4.3.1　5%盐酸-正丁醇（v/v）溶液制备

准确移取5.0mL盐酸置盛有70mL正丁醇的100mL容量瓶中，放冷至室温，再用正丁醇稀释至刻度，摇匀，即得。

A.4.3.2　2%硫酸铁铵（w/v）溶液制备

精确称取2.0g硫酸铁铵，置100mL容量瓶中，加入2mol/L盐酸溶解，放冷至室温，用2mol/L盐酸定容至刻度，摇匀。

A.4.3.3　供试品溶液制备

精密称定本品25mg置50mL容量瓶中，加50%甲醇超声（250W，40kHz）20min溶解定容；精密移取2mL至10mL容量瓶，加甲醇溶解定容，即得。

A.4.3.4　测定法

精密移取1.0mL供试品溶液、6.0mL 5%盐酸-正丁醇溶液、0.2mL 2%硫酸铁铵溶液至10mL顶空瓶中，盖上顶空瓶的盖和垫，用压盖器（封口钳）封口。将顶空瓶放于水浴（100℃±2℃）锅中（瓶中试剂部分应处于水面以下），水浴40min，取出，在冷水浴（2℃～10℃）中迅速冷却20min；同法配制试剂空白溶液。用试剂空白作参照，在546nm处测定吸光度A。

A.4.3.5　结果计算

供试品中原花青素值以w计，按公式（A.1）计算。

$$w = \frac{A \times 250 \times 7200}{m \times 275 \times (1-d)} \qquad \text{……（A.1）}$$

式中：

w ——供试品中原花青素值；

A ——供试品溶液在吸收波长546nm处的吸光度；

m ——供试品的称样量，单位为毫克（mg）；

d ——供试品的水分含量，%；

250 ——供试品溶液的稀释倍数；

275 ——标准原花青素值100的检测值；

7200——浓度换算系数。

A.5 原花青素含量（以A_2计）的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 甲醇：色谱纯。

A.5.1.2 浓硫酸：分析纯。

A.5.1.3 DMAC（对-二甲基氨基肉桂醛）（CAS 号 6203-18-5），纯度 98%。

A.5.1.4 原花青素 A_2 对照品（CAS 号 41743-41-3），纯度≥98.0%，购自 Sigma-Aldrich 或具有等效性的对照品。

A.5.1.5 纯化水。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 分析天平，感量 0.1mg。

A.5.2.2 调频多用振荡器。

A.5.2.3 紫外可见分光光度计。

A.5.3 操作步骤

A.5.3.1 对照品溶液制备

精密称取原花青素A_2对照品10mg,加甲醇溶解并稀释至25mL，密封,-18℃冷冻保存。

A.5.3.2 反应液制备

将12mL浓硫酸注入到盛有甲醇的1000mL容量瓶中，用甲醇稀释定容至刻度。

A.5.3.3 DMAC 试液制备

称取DMAC 250mg至250mL棕色容量瓶中，加反应液溶解并稀释至250mL，摇匀即得。临用新配。

A.5.3.4 供试品溶液制备

10%规格：称取样品50mg至100mL容量瓶中，加80mL甲醇200r/min震荡30min，用甲醇定容至刻度；溶液2000r/min离心10min，移取上清液5mL至10mL容量瓶中，用甲醇稀释定容至刻度，作为供试品溶液。

50%规格：称取样品50mg至100mL容量瓶中，加80mL甲醇200r/min震荡30min，用甲醇定容至刻度。溶液2000r/min离心10min，移取上清液1mL至10mL容量瓶中,用甲醇稀释定容至刻度，作为供试品溶液。

A.5.3.5 标准曲线的制备

精密移取对照品溶液0.1mL、0.2mL、0.4mL、0.5mL、0.6mL、0.8mL分别至10mL量瓶，加甲醇稀释至刻度，摇匀。分别精密移取上述溶液1mL，至具塞试管中，加入5mL DMAC试液，混匀，以甲醇-DMAC试剂混合溶液（1∶5，体积比）为空白，在640nm处每隔5秒测试吸光度值，测试5min，取最大吸光度值。以最大吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

A.5.3.6 测定法

精密移取供试品溶液1mL，至具塞试管中，加入5mL DMAC试液，混匀，以甲醇-DMAC试剂混合溶液（1∶5体积比）为空白，在640nm处每隔5秒测试吸光度值，测试5min，取最大吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液所含原花青素A_2浓度（μg/mL），计算，即得。

A.5.3.7 结果计算

供试品中原花青素（以A_2计）含量以质量分数w计，数值以%表示，按公式（A.2）计算。

$$w = \frac{C \times V}{m \times 1000 \times (1-d)} \times 100\% \quad \text{（A.2）}$$

式中：

w ——供试品中原花青素（以A_2计）的质量分数，%；

C ——由标准曲线读得供试品溶液所含原花青素A_2的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——供试品溶液的稀释体积，单位为毫升（mL）；

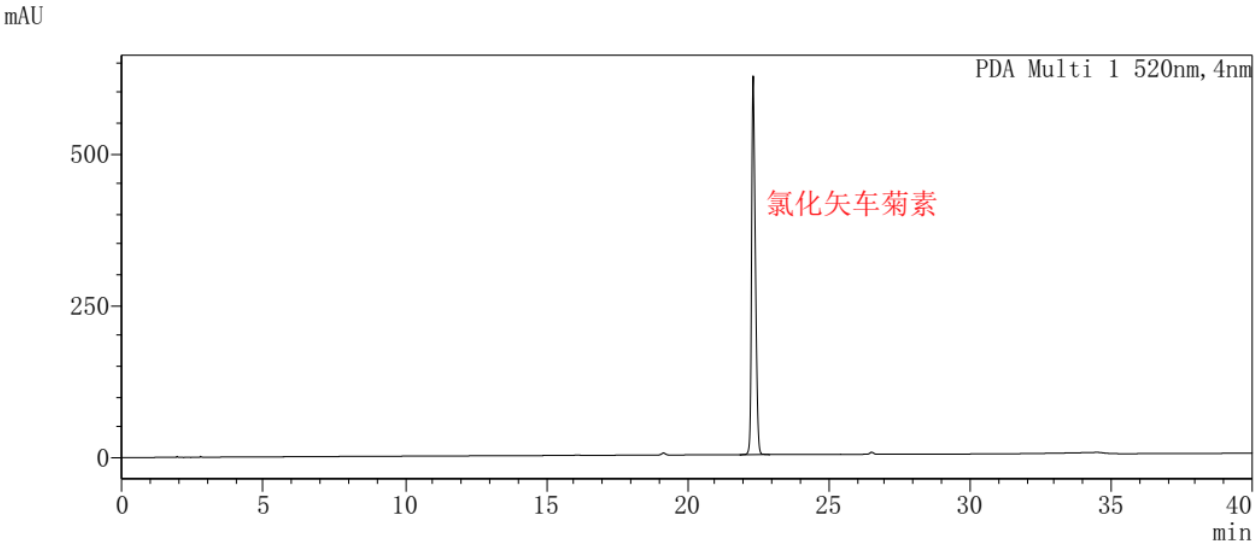
m ——供试品的称样量，单位为毫克（mg）；

d ——供试品的水分含量，%。

附 录 B
（资料性）
液相色谱图及特征峰相对保留时间

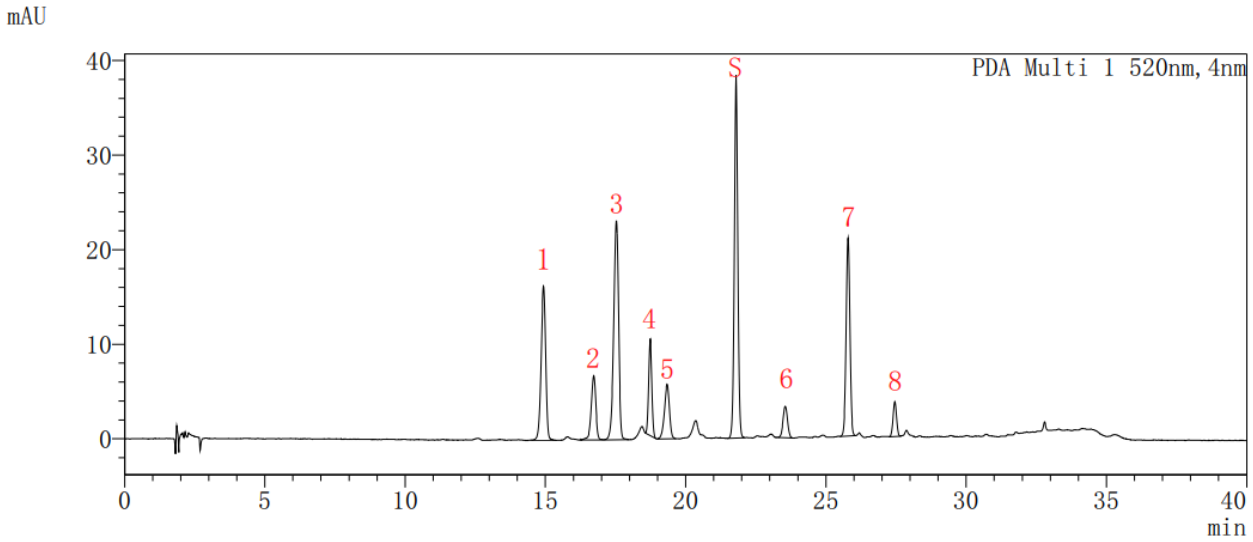
B.1 液相色谱图

B.1.1 氯化矢车菊素对照品液相色谱图见图B.1。



图B.1 氯化矢车菊素对照品液相色谱图

B.1.2 蔓越莓提取物液相色谱图见图B.2。



图B.2 蔓越莓提取物液相色谱图

B.2 特征峰相对保留时间

蔓越莓提取物特征峰相对保留时间见表B.1。

表B.1 特征峰相对保留时间

峰号（组分名称）	相对保留时间/min
峰1	0.67
峰2	0.76
峰3	0.79
峰4	0.85
峰5	0.88
峰S（氯化矢车菊素）	1.00
峰6	1.09
峰7（氯化芍药素）	1.19
峰8	1.26